

## PATENT COOPERATION TREATY

PCT

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Assistant Commissioner for Patents  
United States Patent and Trademark  
Office  
Box PCT  
Washington, D.C.20231  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year) 04 October 2000 (04.10.00)	
International application No. PCT/EP00/00910	Applicant's or agent's file reference 32302-PCT
International filing date (day/month/year) 04 February 2000 (04.02.00)	Priority date (day/month/year) 04 February 1999 (04.02.99)
Applicant SUTTOR, Daniel et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

31 August 2000 (31.08.00)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:2. The election ☒ was☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland  Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Authorized officer  Claudio Borton  Telephone No.: (41-22) 338.83.38
---	--

# PCT

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts <b>32302-PCT</b>	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5	
Internationales Aktenzeichen <b>PCT/EP 00/ 00910</b>	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) <b>04/02/2000</b>	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) <b>04/02/1999</b>
Anmelder <b>ESPE DENTAL AG et al.</b>		

Dieser Internationale Recherchenbericht wurde von der internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem internationalen Büro übermittelt.

Dieser Internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 2 Blätter.

☒ Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

### 1. Grundlage des Berichts

a. Hinsichtlich der Sprache ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

☐ Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das

☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.

☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerisierter Form eingereicht worden ist.

☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.

☐ bei der Behörde nachträglich in computerisierter Form eingereicht worden ist.

☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.

☐ Die Erklärung, daß die in computerisierter Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. ☐ Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen (siehe Feld I).

3. ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).

### 4. Hinsichtlich der Bezeichnung der Erfindung

☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

☐ wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

### 5. Hinsichtlich der Zusammenfassung

☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

☐ wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der Zeichnungen ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. \_\_\_\_\_

☐ wie vom Anmelder vorgeschlagen

☐ weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.

☐ weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.

☒ keine der Abb.

**A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES**

IPK 7 C04B41/82 C04B41/88 A61K6/06

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

**B. RECHERCHIERTE GEBIETE**

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C04B A61K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

**C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 329 565 A (M. SADOUN ET AL. ) 23. August 1989 (1989-08-23)	14
A	Spalte 2, Zeile 35 - Zeile 61; Ansprüche 1,4,13,14; Beispiele 1-3	1-13
A	DE 34 24 777 A (KYUSHU REFRACTORIES CO., LTD.) 17. Januar 1985 (1985-01-17) Seite 10, Zeile 2 - Zeile 16; Ansprüche 1-10	1-4

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"Z" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

12. Mai 2000

Absenddatum des Internationalen Recherchenberichts

19/05/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Hauck, H

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/00910

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 329565	A	23-08-1989	FR 2627377 A	25-08-1989
			AT 114952 T	15-12-1994
			DE 68919724 D	19-01-1995
			DE 68919724 T	22-06-1995
			JP 2021857 A	24-01-1990
			US 5011403 A	30-04-1991
<hr/>				
DE 3424777	A	17-01-1985	JP 1771454 C	30-06-1993
			JP 4035442 B	11-06-1992
			JP 60028911 A	14-02-1985
			JP 1721979 C	24-12-1992
			JP 4006657 B	06-02-1992
			JP 60096544 A	30-05-1985
			US 4626514 A	02-12-1986
			US 4681633 A	21-07-1987
<hr/>				

5060  
Translation  
09/18/98 690

PATENT COOPERATION TREATY

# PCT

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 32302-PCT	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP00/00910	International filing date (day/month/year) 04 February 2000 (04.02.00)	Priority date (day/month/year) 04 February 1999 (04.02.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C04B 41/82, 41/88, A61K 6/06		
Applicant 3M ESPE AG		

- This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
- This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.  
  
☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).  
  
 These annexes consist of a total of 1 sheets.
- This report contains indications relating to the following items:
  - ☒ Basis of the report
  - ☐ Priority
  - ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
  - ☐ Lack of unity of invention
  - ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
  - ☐ Certain documents cited
  - ☒ Certain defects in the international application
  - ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 31 August 2000 (31.08.00)	Date of completion of this report 14 May 2001 (14.05.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP00/00910

## I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.*):

☒ the international application as originally filed.

☒ the description, pages 1-8, as originally filed,

pages \_\_\_\_\_, filed with the demand,

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,

pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

☒ the claims, Nos. 2-14, as originally filed,

Nos. \_\_\_\_\_, as amended under Article 19,

Nos. \_\_\_\_\_, filed with the demand,

Nos. 1, filed with the letter of 17 January 2001 (17.01.2001),

Nos. \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_, as originally filed,

sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the demand,

sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,

sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

☐ the description, pages \_\_\_\_\_

☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_

☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP 00/00910

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

### 1. Statement

Novelty (N)	Claims	1 - 14	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1 - 14	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1 - 14	YES
	Claims		NO

### 2. Citations and explanations

This report makes reference to the following document:

D1: EP-A-0 329 565

Claim 1: The method claim differs from the closest known prior art D1 in that the ceramic in the porous or absorbent state is coloured from the outside, whereas in D1 (see column 2, lines 35 - 61) the whole of the starting powder is impregnated prior to shaping.

The claimed method solves the following problems:

- (1) reduction of the requisite amounts of colouring additives, and
- (2) more precise adjustment of the colour.

The claimed solution to these problems is neither disclosed nor suggested in D1. Consequently, the subject matter of Claim 1 appears to comply with the requirements of PCT Article 33(2) and (3).

.../...

(Continuation of V.2)

Claim 14: The kit defined in this claim, with which the above-mentioned method can be carried out, comprises a reservoir bottle and a container for the coloration, neither of which is disclosed or suggested by the closest known prior art D1. Consequently, the subject matter of Claim 14 also appears to comply with the requirements of PCT Article 33(2) and (3).

Claims 2 - 13: These dependent claims describe preferred embodiments of the method according to Claim 1. Consequently, they also appear to comply with the requirements of PCT Article 33(2) and (3).



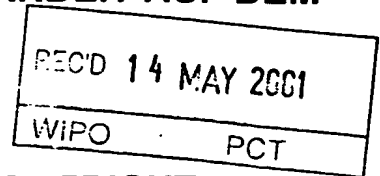
**VII. Certain defects in the international application**

The following defects in the form or contents of the international application have been noted:

Contrary to PCT Rule 5.1(a)(ii), the description does not cite document D1 or briefly outline the relevant prior art contained therein.

# VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

## PCT



### INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)



Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 32302-PCT	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416).	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP00/00910	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 04/02/2000	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag) 04/02/1999
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C04B41/82		
Anmelder ESPE DENTAL AG et al.		

- Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.  
  
☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 1 Blätter.

- Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Berichts
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☒ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags  31/08/2000	Datum der Fertigstellung dieses Berichts  14.05.2001
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:   Europäisches Patentamt - P.B. 5818 Patentlaan 2 NL-2280 HV Rijswijk - Pays Bas Tel. +31 70 340 - 2040 Tx: 31 651 epo nl Fax: +31 70 340 - 3016	Bevollmächtigter Bediensteter  Hauck, H  Tel. Nr. +31 70 340 3027 

**I. Grundlage des Berichts**

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):  
**Beschreibung, Seiten:**

1-8                      ursprüngliche Fassung

**Patentansprüche, Nr.:**

2-14                      ursprüngliche Fassung

1                      eingegangen am                      17/01/2001    mit Schreiben vom                      17/01/2001

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung,                      Seiten:
- ☐ Ansprüche,                      Nr.:

☐ Zeichnungen, Blatt:

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

*(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).*

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

**V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

**1. Feststellung**

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche	1-14
	Nein: Ansprüche	
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche	1-14
	Nein: Ansprüche	
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche	1-14
	Nein: Ansprüche	

**2. Unterlagen und Erklärungen  
siehe Beiblatt**

**VII. Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung**

Es wurde festgestellt, daß die internationale Anmeldung nach Form oder Inhalt folgende Mängel aufweist:  
**siehe Beiblatt**

**Zu Punkt V**

**Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

Es wird auf die folgenden Dokumente verwiesen: D1: EP-A-329565

Anspruch 1: Der Verfahrensanspruch unterscheidet sich vom nächsten bekannten Stand der Technik D1 durch Einfärben der Keramik im porösen oder saugfähigen Zustand von außen her, während in D1 (siehe Spalte 2, Zeilen 35-61) das gesamte Ausgangspulver vor der Formgebung imprägniert wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren löst die folgenden Aufgaben:

- (1) Verringerung der erforderlichen färbenden Zusatzmengen, und
- (2) genauere Einstellmöglichkeit der Farbe.

Die erfindungsgemäße Lösung dieser Aufgaben wird in D1 nicht offenbart oder nahegelegt. Der Gegenstand von Anspruch 1 erscheint daher den Anforderungen von Art. 33(2) und (3) PCT zu genügen.

Anspruch 14: Der in diesem Anspruch definierte Kit, mit dem das o.g. Verfahren ausgeführt werden kann, umfaßt eine Vorratsflasche und ein Behältnis für das Einfärben, die beide aus dem nächsten bekannten Stand der Technik D1 weder offenbart noch nahegelegt werden. Somit sollte auch der Gegenstand von Anspruch 14 den Anforderungen von Art. 33(2) und (3) PCT zu genügen.

Ansprüche 2-13: Diese Unteransprüche beschreiben bevorzugte Ausführungsformen des Verfahrens nach Anspruch 1. Daher sollten auch sie den Anforderungen von Art. 33(2) und (3) PCT genügen.

**Zu Punkt VII**

**Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung**

Im Widerspruch zu den Erfordernissen der Regel 5.1 a) ii) PCT werden in der Beschreibung weder der in dem Dokument D1 offenbarte einschlägige Stand der Technik noch dieses Dokument angegeben.

Neuer Patentanspruch 1

1. Verfahren zum Einfärben von transluzenten Keramiken im porösen oder saugfähigen Zustand, wobei zum Einfärben Metallionen-Lösungen oder Metallkomplex-Lösungen verwendet werden.

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)(51) Internationale Patentklassifikation <sup>7</sup> :

C04B 41/82, 41/88, A61K 6/06

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/46168

(43) Internationales  
Veröffentlichungsdatum:

10. August 2000 (10.08.00)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/00910

(22) Internationales Anmeldedatum: 4. Februar 2000 (04.02.00)

(30) Prioritätsdaten:

199 04 522.4

4. Februar 1999 (04.02.99)

DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): ESPE  
DENTAL AG [DE/DE]; Espe Platz, D-82229 Seefeld (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SUTTOR, Daniel [DE/DE];  
Franz-Krämer-Str. 4, D-82229 Seefeld (DE). HAUPT-  
MANN, Holger [DE/DE]; Weilbergstrasse 32, D-82404  
Sindelsdorf (DE). SCHNAGL, Robert [DE/DE]; Von  
Eichendorff-Strasse 35, D-86899 Landsberg (DE).  
FRANK, Sybille [DE/DE]; An der Breite 2a, D-82229  
Seefeld (DE).(74) Anwälte: ABITZ, Walter usw.; Postfach 86 01 09, D-81628  
München (DE).(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB,  
BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,  
GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,  
KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG,  
MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE,  
SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN,  
YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD,  
SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY,  
KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE,  
CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,  
NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,  
GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: COLORING CERAMICS BY WAY OF IONIC OR COMPLEX-CONTAINING SOLUTIONS

(54) Bezeichnung: EINFÄRBUNG VON KERAMIKEN MITTELS IONISCHER ODER KOMPLEXHALTIGER LÖSUNGEN

(57) Abstract

The invention relates to the coloration of ceramics by way of ionic or complex-containing solutions. The solutions preferred for this purpose contain defined concentrations of at least one of the salts or complexes of the rare earth elements or of the elements of the subgroups. The invention further relates to a kit that comprises at least one reservoir bottle containing such a coloration solution, a container for the coloration and optionally a sieve.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft das Einfärben von Keramiken mittels ionischer oder komplexhaltiger Lösungen. Hierfür bevorzugte Lösungen enthalten definierte Konzentrationen mindestens eines der Salze oder Komplexe der Seltenerden-Elemente oder der Elemente der Nebengruppen. Die Erfindung betrifft auch einen Kit, der mindestens eine Vorratsflasche mit einer solchen Einfärbelösung, ein Behältnis für das Einfärben sowie gegebenenfalls ein Sieb umfasst.



<b>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>7</sup> :</b> <b>C04B 41/82, 41/88, A61K 6/06</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/46168</b>  <b>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:</b> 10. August 2000 (10.08.00)		
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"><tr><td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"><b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP00/00910 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 4. Februar 2000 (04.02.00)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> 199 04 522.4      4. Februar 1999 (04.02.99)      DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> ESPE DENTAL AG [DE/DE]; Espe Platz, D-82229 Seefeld (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US):</b> SUTTOR, Daniel [DE/DE]; Franz-Krämer-Str. 4, D-82229 Seefeld (DE). HAUPT-MANN, Holger [DE/DE]; Weilbergstrasse 32, D-82404 Sindelsdorf (DE). SCHNAGL, Robert [DE/DE]; Von Eichendorff-Strasse 35, D-86899 Landsberg (DE). FRANK, Sybille [DE/DE]; An der Breite 2a, D-82229 Seefeld (DE).  <b>(74) Anwälte:</b> ABITZ, Walter usw.; Postfach 86 01 09, D-81628 München (DE).</td><td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"><b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i></td></tr></table>			<b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP00/00910 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 4. Februar 2000 (04.02.00)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> 199 04 522.4      4. Februar 1999 (04.02.99)      DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> ESPE DENTAL AG [DE/DE]; Espe Platz, D-82229 Seefeld (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US):</b> SUTTOR, Daniel [DE/DE]; Franz-Krämer-Str. 4, D-82229 Seefeld (DE). HAUPT-MANN, Holger [DE/DE]; Weilbergstrasse 32, D-82404 Sindelsdorf (DE). SCHNAGL, Robert [DE/DE]; Von Eichendorff-Strasse 35, D-86899 Landsberg (DE). FRANK, Sybille [DE/DE]; An der Breite 2a, D-82229 Seefeld (DE).  <b>(74) Anwälte:</b> ABITZ, Walter usw.; Postfach 86 01 09, D-81628 München (DE).	<b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>
<b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP00/00910 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 4. Februar 2000 (04.02.00)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> 199 04 522.4      4. Februar 1999 (04.02.99)      DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> ESPE DENTAL AG [DE/DE]; Espe Platz, D-82229 Seefeld (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US):</b> SUTTOR, Daniel [DE/DE]; Franz-Krämer-Str. 4, D-82229 Seefeld (DE). HAUPT-MANN, Holger [DE/DE]; Weilbergstrasse 32, D-82404 Sindelsdorf (DE). SCHNAGL, Robert [DE/DE]; Von Eichendorff-Strasse 35, D-86899 Landsberg (DE). FRANK, Sybille [DE/DE]; An der Breite 2a, D-82229 Seefeld (DE).  <b>(74) Anwälte:</b> ABITZ, Walter usw.; Postfach 86 01 09, D-81628 München (DE).	<b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>			
<b>(54) Title: COLORING CERAMICS BY WAY OF IONIC OR COMPLEX-CONTAINING SOLUTIONS</b>  <b>(54) Bezeichnung: EINFÄRBUNG VON KERAMIKEN MITTELS IONISCHER ODER KOMPLEXHALTIGER LÖSUNGEN</b>  <b>(57) Abstract</b>  The invention relates to the coloration of ceramics by way of ionic or complex-containing solutions. The solutions preferred for this purpose contain defined concentrations of at least one of the salts or complexes of the rare earth elements or of the elements of the subgroups. The invention further relates to a kit that comprises at least one reservoir bottle containing such a coloration solution, a container for the coloration and optionally a sieve.  <b>(57) Zusammenfassung</b>  Die Erfindung betrifft das Einfärben von Keramiken mittels ionischer oder komplexhaltiger Lösungen. Hierfür bevorzugte Lösungen enthalten definierte Konzentrationen mindestens eines der Salze oder Komplexe der Seltenerden-Elemente oder der Elemente der Nebengruppen. Die Erfindung betrifft auch einen Kit, der mindestens eine Vorratsflasche mit einer solchen Einfärbelösung, ein Behältnis für das Einfärben sowie gegebenenfalls ein Sieb umfasst.				

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY

*LEDIGLICH ZUR INFORMATION*

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

BEST AVAILABLE COPY - 1 -

Einfärbung von Keramiken mittels ionischer oder komplexhaltiger Lösungen

Die Erfindung betrifft die Einfärbung von Keramiken mittels ionischer oder komplexhaltiger Lösungen. Im besonderen betrifft die Erfindung die Einfärbung von Dentalkeramiken auf Zirkonoxidbasis mittels Lösungen von Seltenerdenmetallen und Nebengruppenelementen.

Keramiken werden aufgrund ihrer physikalischen Eigenschaften bei der Erstellung von hochwertigem Zahnersatz sehr geschätzt. Aluminium- und Zirkonoxidkeramiken sind im Medizinbereich seit langem die Materialien der Wahl (Sonderdruck aus Industrie Diamanten Rundschau, IDR 2/1993, „Aluminium- und Zirkonoxidkeramik in der Medizin“). Im Dentalbereich gibt es eine Vielzahl von Publikationen, die sich mit der Verwendung von Keramiken zur Herstellung von Prothesen beschäftigen. Ebenso sind diverse Keramiksysteme bereits auf dem Dentalmarkt verfügbar (CEREC, Fa. Siemens; Procera, Fa. Nobel-Biocare).

Insbesondere im Dentalbereich spielen aber nicht nur die mechanischen Parameter eine große Rolle, sondern besonders auch die Ästhetik. Transluzenz und Farbgebung der Gerüst- oder Verblendkeramiken sind wichtig, um dem Patienten ein natürliches Aussehen seines künstlichen Zahnersatzes zu ermöglichen.

Zahnersatz wird üblicherweise aus einem Gerüst und einer Verblendung hergestellt.

Bei den bisher bekannten Systemen kann nur eine oberflächliche individuelle Einfärbung des Grundgerüsts durch den Zahntechniker vorgenommen werden, dabei sind die ästhetischen Gestaltungsmöglichkeiten eingeschränkt.

Um ein natürliches Erscheinungsbild der Prothese zu erzielen, muß die Zahnfarbe und die Transluzenz über mehrere Schichten hinweg, beginnend mit dem Gerüst, simuliert werden.

- 5 Das natürliche Erscheinungsbild einer Prothese wird gewährleistet durch eine möglichst hohe freie Weglänge  $z = x + y + m$  des einfallenden Lichtes durch die Schicht (x) der Verblendkeramik und Schicht (m) der Gerüstkeramik und ggf. einer Zwischenschicht (y).
- 10 Herkömmliche Systeme müssen zur Veränderung des Grundfarbtones der Gerüstkeramik mit färbenden Zwischenschichten, beispielsweise Opaquer-Linern, arbeiten, die keine oder stark verringerte Transluzenz aufweisen; die freie Weglänge des Lichtes verringert sich um die Dicke der Gerüstkeramik (m) und der Zwischenschicht (y) auf  $z = x$ . Eine Beschreibung dieser Vorgehensweise ist
- 15 z. B. in den Gebrauchsinformationen der Fa. Vita zum System Vita-Dur  $\alpha$  oder der Fa. DUCERA mit dem System ALL Ceram zu finden.

- Derartige Systeme verwenden als Zwischenschicht Farbpasten bzw. Farbsuspensionen, die in mehreren Arbeitsgängen vom Zahntechniker auf das
- 20 Gerüst aufgebracht und abschließend im Ofen gebrannt werden.

Dieser Vorgang ist nicht nur zeitaufwendig, sondern auch kostenintensiv.

- Der Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein System zur Einfärbung von
- 25 Keramik, insbesondere keramischem Zahnersatz, bereitzustellen, das eine optimale Ästhetik bei minimalem Arbeitsaufwand und bei minimierten Kosten gewährleistet.

- Überraschend wird diese Aufgabe gelöst durch ein Verfahren zum Einfärben von
- 30 Keramiken im porösen oder saugfähigen Zustand, das dadurch gekennzeichnet ist, daß die Keramiken transluzent sind und zum Einfärben Metallionen-Lösungen oder Metallkomplex-Lösungen verwendet werden. Hierfür bevorzugte Lösungen

- 3 -

enthalten definierte Konzentrationen mindestens eines der Salze oder Komplexe der Seltenerden-Elemente oder der Elemente der Nebengruppen.

Die Lösungen sind vorzugsweise auf wäßriger oder alkoholischer Basis.

- 5 Geeignete Salze oder Komplexe sind bevorzugt solche aus der Gruppe der Seltenerden oder der II. oder VIII. Nebengruppe, insbesondere Pr, Er, Fe, Co, Ni, Cu.

Bevorzugt sind Salze oder Komplexe mit anorganischen Gegenionen wie z. B.

- 10  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{J}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{ClO}_4^-$ ,  $\text{ONC}^-$ ,  $\text{SCN}^-$  wobei auch Oxokomplexe saurer oder basischer Salze gemeint sein können, nicht aber Doppelsalze mit einem Element der 1. oder 2. Hauptgruppe. Desweiteren sind Salze oder Komplexe mit organischen Ionen oder Liganden bevorzugt, die 1 bis 30 C-Atome und eine Anzahl von 1 bis 10 Heteroatome, wie O, N, S, enthalten. Im einzelnen
- 15 sind dies Alkoxide oder Salze organischer Säuren. Bevorzugt sind hier unter den Alkoxiden die Salze der  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{10}$ -Alkanole, insbesondere die Methoxide, Ethoxide, n- und i-Propoxide und n-, i-, sek- bzw. tert-Butoxide. Unter den Salzen organischer Säuren sind diejenigen von Mono-, Di- und Tri-  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{20}$ -Carbonsäuren bevorzugt, insbesondere Formiat, Acetat, Malat, Maleat, Maleinat, Tartrat, Oxalat.
- 20 Zuletzt sind auch Komplexbildner unter den Liganden zu verstehen, die dazu dienen, die Metallsalze in ihrer Oxidationsstufe und in Lösung zu stabilisieren. Diese können organische  $\text{C}_2$ - $\text{C}_{20}$ -Moleküle mit bis zu 10 Heteroatomen O, N oder S, darunter insbesondere EDTA und seine Salze, NTA, Salicylsäure, Phenole, 5-Sulfosalicylsäure etc., sein.

25

Bevorzugt sind wäßrige oder alkoholische Lösungen von Pr, Er, Fe, beispielsweise als Chloride, Acetate oder Alkoholate.

- Die Ionen oder Komplexe werden vorzugsweise in Konzentrationen von 0,0001
- 30 bis 15 Gew.-%, besonders bevorzugt von 0,001 bis 10 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt von 0,01 bis 7 Gew.-% eingesetzt.

- 4 -

Unter Keramiken und Dentalkeramiken werden hier alle hochfesten Oxide der Elemente der Hauptgruppen II, III und IV und der Nebengruppen III und IV sowie deren Mischungen verstanden, insbesondere  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , sowohl teil- als auch vollstabilisiert,  $\text{MgO}$ ,  $\text{TiO}_2$  und deren Mischungen. Insbesondere werden unter

5 Keramiken und Dentalkeramiken transluzente Keramiken verstanden.

Überraschend hierbei ist ferner, daß die Farbtiefe der Einfärbung nicht von der Einwirkdauer der Lösung, sondern nur von deren Konzentration abhängig ist. Dies ist besonders vorteilhaft, da der Zahntechniker nicht auf sekundengenaue

10 Einwirkzeiten fixiert ist, sondern seine Arbeiten innerhalb gewisser Toleranzen beliebig lange mit den erfindungsgemäßen Lösungen behandeln kann. Die Einwirkdauer der Lösung kann theoretisch beliebig lange sein. Sie ist nur abhängig von anderen Effekten in der Lösung, beispielsweise pH-Wert-Änderungen oder Freisetzung von Ionen, die den Färbvorgang behindern

15 können. So ergibt sich im allgemeinen eine Einwirkdauer, bis zu der die Farbtiefe der Einfärbung sich nicht verändert, von einigen Stunden. Die Einwirkdauer beträgt vorzugsweise unter 2 Stunden, insbesondere unter 1 Stunde und besonders bevorzugt unter 20 Minuten.

Vorteilhafterweise kann durch die vorliegende Erfindung die oben erwähnte Zwischenschicht (y) komplett entfallen, da bereits die Gerüstkeramik durch die erfindungsgemäßen Lösungen individuell eingefärbt werden kann. Es entfällt daher ein zusätzlicher kosten- und zeitintensiver Schritt des Aufbrennens der Zwischenschicht. Dem einfallenden Licht steht nun die freie Weglänge  $z = x + y +$

20  $m$  zur Verfügung, da der Weg nicht mehr durch die Zwischenschicht unterbrochen wird.

Die erfindungsgemäßen Lösungen können neben den Salzen oder Komplexen der Seltenerden-Elemente oder der Nebengruppenelemente auch

30 Stabilisierungsmittel, wie Komplexbildner, Malhilfsmittel sowie organische Farbpigmente zur Erleichterung der Farbabstimmung durch den Zahntechniker enthalten.

Als Stabilisierungsmittel geeignet sind Komplexbildner, wie Ethylendiamintetra-  
essigsäure. Unter Malhilfsmitteln sind beispielsweise temporäre Bindemittel und  
Thixotropiemittel, wie Polyglykole, Polysaccharide, Polyethylenglykole,  
5 Polyvinylalkohole, hydrierte Rizinusöle, zu verstehen.

Aufgrund der niedrigen Konzentrationen an farbgebenden Ionen oder Komplexen  
innerhalb der erfindungsgemäßen Lösungen und der damit verbundenen  
schlechten optischen Erkennbarkeit des aufgetragenen Farbtönen, können auch  
10 organische Pigmente zur Erleichterung der Farbabstimmung durch den  
Zahntechniker zugesetzt werden. Besonders hilfreich sind diese Zusätze bei der  
bereichsweisen Applikation der Lösungen über Applikationsinstrumente. Die  
Zusätze sind so zu wählen, daß sie beim Brennen der prothetischen Arbeit  
rückstandsfrei zerstört werden.

15

Die erfindungsgemäßen Lösungen können auf folgende Weisen auf die  
vorgesinterten bzw. saugfähigen Keramiken aufgebracht werden:

1. Tauchen der Keramik in Lösungen definierter Konzentrationen;
- 20 2. Auftragen der Lösungen auf die Keramik mittels geeigneter  
Applikationsinstrumente, beispielsweise Pinsel, Tupfer;
3. Auftragen der Lösungen auf die Keramik mittels Sprühverfahren.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können Wandstärken von bis zu 10 mm,  
25 bevorzugt 7 mm, durchgehend eingefärbt werden. Insbesondere im dentalen  
Bereich bei der Herstellung von Kronen und Brücken sind Abmessungen von 10  
mm, bevorzugt 7 mm, für den Durchmesser eines Werkstückes und 7 mm,  
bevorzugt 5 mm, für die Höhe eines Werkstückes möglich. Diese mm-Angaben  
beziehen sich auf die Dicken der einfärbbaren Wandstärken der dentalen  
30 Werkstücke. Natürlich sind auch Werkstücke außerhalb der hier angegebenen  
Grenzen im Umfang der Erfindung enthalten.

- 6 -

Vorzugsweise werden die Keramiken vollständig durchgefärbt.

Die Erfindung betrifft auch einen Kit, umfassend

- (i) mindestens eine Vorratsflasche mit einer Metallionen- oder Metallkomplex-  
5 Lösung für das Einfärben von Keramiken,
- (ii) ein Behältnis für das Einfärben, und
- (iii) gegebenenfalls ein Sieb.

Die Erfindung wird nachfolgend durch Beispiele näher erläutert, ohne daß sie  
10 dadurch beschränkt sein soll.

#### Konzentrationsabhängige Einfärbung von durch 3 Mol Yttriumoxid stabilisiertem Zirkonoxid

15

Zur Herstellung der Lösungen werden die entsprechenden Mengen Farbreagenz  
in Wasser gelöst. Keramikkörper werden darin 5 min tauchgebadet und  
anschließend getrocknet und gesintert. Die Proben werden anschließend für die  
20 Farbmessung geschliffen und poliert. Der Farbbestimmung liegen folgende  
Parameter zugrunde:

- Opazitätswert O: Maß für die Transparenz (0% ist voll transparent, 100% ist  
opak);
- 25 L\*-Wert: Helligkeit (100: vollständige Reflexion; 0: keine Reflexion);
- a\*-Wert: Rot-Grünverschiebung (+a: rot; -a: grün);
- b\*-Wert: Gelb-Blauverschiebung (+b: gelb; -b: blau);

Meßgerät: Fa. HunterLab, LabScan Spectrocolorimeter;

30 Meßmethode: Cielab (Farbe); Opazität nach ASTM D2805 / TAPPI T425 / TAPPI  
T519.



BEST AVAILABLE COPY

- 7 -

Zum Nachweis der Unabhängigkeit der Farbintensität von der Einwirkdauer der Lösung werden bei fester Lösungskonzentration verschiedene Einwirkzeiten zugrundegelegt und die Farbbestimmung analog durchgeführt.

- 5 Als Material wurde käufliche Zirkonoxidkeramik der Firma Tosoh, Japan vom Typ TZ3YE verwendet.

#### Einfärbung mit $\text{Fe(III)Cl}_3$ -Lösungen

Konzentration Lösung [Gew.-%]	L*	a*	b*	O
0	85,67	-0,97	1,51	91,4
0,1	83,93	-1,67	5,15	92,36
0,3	79,04	-1,52	22,35	95,1
0,5	75,37	1,16	25	95,32
0,75	74,01	1,72	25,91	96,51
1	72,25	2,83	24,67	97,79

10

#### Einfärbung mit $\text{Pr(III)Acetat}$ -Lösungen

Konzentration Lösung [Gew.-%]	L*	A*	b*	O
0,1	81,02	-3,60	24,98	89,98
0,25	80,80	-3,02	34,17	91,40
0,75	74,85	4,77	47,31	92,11

15

**Ergebnis:** Über die Konzentration der Lösung kann die Intensität der Farbe gesteuert werden.

BEST AVAILABLE COPY

- 8 -

**Abhängigkeit der Farbintensität von der Einwirkdauer**

Lösungskonzentration: 0,75 Gew.-% Fe (III) Cl – Lösung

Einwirkdauer	L*	a*	b*	O
2 Minuten	75,18	0,32	20,15	96,05
5 Minuten	76,06	-0,42	21,4	95,86
10 Minuten	75,18	-0,09	22,4	96,08
20 Minuten	75,80	-0,21	23,11	96,37

5

**Ergebnis:** Die Einwirkdauer hat keinen Einfluß auf die Farbintensität.

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY

- 9 -

Patentansprüche

1. Verfahren zum Einfärben von Keramiken im porösen oder saugfähigen Zustand, dadurch gekennzeichnet, daß die Keramiken transluzent sind und zum Einfärben Metallionen-Lösungen oder Metallkomplex-Lösungen verwendet werden.  
5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Dentalkeramiken eingefärbt werden.  
10
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösungen mindestens eines der Ionen oder Komplexe der Seltenerden-Elemente oder Nebengruppen enthalten.
- 15 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösungen Pr, Er, Fe, Co, Ni oder Cu enthalten.
5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Salze Chloride, Acetate oder Alkohole sowie Oxokomplexe verwendet werden.  
20
6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß Dentalkeramiken im vorgesinterten Zustand verwendet werden.  
25
7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß Dentalkeramiken auf Zirkonoxid- oder Aluminiumoxidbasis verwendet werden.
- 30 8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die ionischen oder komplexhaltigen Lösungen auf wäßriger oder alkoholischer Basis sind.

BEST AVAILABLE COPY

- 10 -

- 5 9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkdauer der ionischen oder komplexhaltigen Lösungen im Stundenbereich, insbesondere unter 2 Stunden, ganz besonders unter 1 Stunde und besonders bevorzugt unter 20 Minuten liegt.
- 10 10. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der Lösungen 0,001 bis 15 Gew.-% beträgt.
- 15 11. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Einfärben durch Tauchen der Keramik in die Lösungen, durch Auftragen der Lösungen auf die Keramik mit Hilfe von Applikationsinstrumenten oder durch Aufsprühen der Lösungen auf die Keramik erfolgt.
- 20 12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die einzufärbenden Keramiken einen Durchmesser von 10 mm, vorzugsweise 7 mm, und eine Höhe von 7 mm, vorzugsweise 5 mm, besitzen.
- 25 13. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Keramiken vollständig durchgefärbt werden.
- 30 14. Kit, umfassend
- (i) mindestens eine Vorratsflasche mit einer Metallionen- oder Metallkomplex-Lösung für das Einfärben von Keramiken,
  - (ii) ein Behältnis für das Einfärben, und
  - (iii) gegebenenfalls ein Sieb.

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C04B41/82 C04B41/88 A61K6/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C04B A61K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 329 565 A (M. SADOUN ET AL. ) 23 August 1989 (1989-08-23)	14
A	column 2, line 35 - line 61; claims 1,4,13,14; examples 1-3	1-13
A	DE 34 24 777 A (KYUSHU REFRACTORIES CO., LTD.) 17 January 1985 (1985-01-17) page 10, line 2 - line 16; claims 1-10	1-4

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

\*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

\*E\* earlier document but published on or after the international filing date

\*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

\*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

\*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

12 May 2000

Date of mailing of the international search report

19/05/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hauck, H

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 329565	A	23-08-1989	FR 2627377 A	25-08-1989
			AT 114952 T	15-12-1994
			DE 68919724 D	19-01-1995
			DE 68919724 T	22-06-1995
			JP 2021857 A	24-01-1990
			US 5011403 A	30-04-1991
DE 3424777	A	17-01-1985	JP 1771454 C	30-06-1993
			JP 4035442 B	11-06-1992
			JP 60028911 A	14-02-1985
			JP 1721979 C	24-12-1992
			JP 4006657 B	06-02-1992
			JP 60096544 A	30-05-1985
			US 4626514 A	02-12-1986
			US 4681633 A	21-07-1987

BEST AVAILABLE COPY

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C04B41/82 C04B41/88 A61K6/06

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C04B A61K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 329 565 A (M. SADOON ET AL. ) 23. August 1989 (1989-08-23)	14
A	Spalte 2, Zeile 35 - Zeile 61; Ansprüche 1,4,13,14; Beispiele 1-3	1-13
A	DE 34 24 777 A (KYUSHU REFRACTORIES CO., LTD.) 17. Januar 1985 (1985-01-17) Seite 10, Zeile 2 - Zeile 16; Ansprüche 1-10	1-4

BEST AVAILABLE COPY

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

12. Mai 2000

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

19/05/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Hauck, H

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 329565	A	23-08-1989	FR	2627377 A	25-08-1989
			AT	114952 T	15-12-1994
			DE	68919724 D	19-01-1995
			DE	68919724 T	22-06-1995
			JP	2021857 A	24-01-1990
			US	5011403 A	30-04-1991
DE 3424777	A	17-01-1985	JP	1771454 C	30-06-1993
			JP	4035442 B	11-06-1992
			JP	60028911 A	14-02-1985
			JP	1721979 C	24-12-1992
			JP	4006657 B	06-02-1992
			JP	60096544 A	30-05-1985
			US	4626514 A	02-12-1986
			US	4681633 A	21-07-1987

BEST AVAILABLE COPY